

PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro



INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<p>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>4</sup> :  A01N 55/04, 25/04, 25/02</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 88/ 06406  (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 7. September 1988 (07.09.88)</p>
<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP88/00118  (22) Internationales Anmeldedatum: 18. Februar 1988 (18.02.88)  (31) Prioritätsaktenzeichen: P 37 06 237.9  (32) Prioritätsdatum: 26. Februar 1987 (26.02.87)  (33) Prioritätsland: DE  (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): AGROLINZ AGRARCHEMIKALIEN GESELL- SCHAFT M.B.H. [AT/AT]; St. Peterstraße 25, A-4021 Linz (AT).  (72) Erfinder;und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US) : HAFNER, Norbert [AT/AT]; Hauptplatz 15, A-4020 Linz (AT). STADLHUBER, Rudolf [AT/AT]; Stadlerstraße 6c, A-4020 Linz (AT).</p>		<p>(74) Anwalt: KUNZ, Ekkehard; Chemie Holding AB, Pa- tentwesen, St.Peterstraße 25, A-4021 Linz (AT).  (81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), AU, BB, BE (europäisches Patent), BG, BJ (OAPI Patent), BR, CF (OAPI Patent), CG (OAPI Patent), CH (euro- päisches Patent), CM (OAPI Patent), DE (europäi- sches Patent), DK, FI, FR (europäisches Patent), GA (OAPI Patent), GB (europäisches Patent), HU, IT (europäisches Patent), JP, KP, KR, LK, LU (europäi- sches Patent), MC, MG, ML (OAPI Patent), MR (OAPI Patent), MW, NL (europäisches Patent), NO, RO, SD, SE (europäisches Patent), SN (OAPI Pa- tent), SU, TD (OAPI Patent), TG (OAPI Patent), US.  Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelas- senen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls An- derungen eintreffen.</p>
<p>(54) Title: LIQUID FORMULATION FOR A CONCENTRATE, RESISTANT TO LOW TEMPERATURES AND WATER-DISPERSIBLE  (54) Bezeichnung: KÄLTESTABILE, IN WASSER DISPERGIERBARE FLÜSSIGE KONZENTRATFORMULIE- RUNG  (57) Abstract  Liquid formulation for a concentrate of an organic tin acaricide compound, containing between 2.5 and 30 % weight/volume at least of a surface active substance, boric acid or its anhydrides, at least one saturated or unsaturated mo- no-, bi- or trihydric alcohol, possibly a lactone and possibly an organic, non-alcoholic solvent, with, dissolved in it, be- tween 15 and 70 % weight/volume of oxide or hydroxide of tricyclohexyl-tin or trineophyl-tin. The formulation is water- dispersible and highly resistant to low temperatures.  (57) Zusammenfassung  Flüssige Konzentratformulierung einer akariziden Organozinnverbindung, die von 2,5 bis 30 % Gew./Vol. minde- stens einer grenzflächenaktiven Substanz, Borsäure oder deren Anhydride, mindestens einen gesättigten oder ungesättig- ten ein-, zwei- oder dreiwertigen Alkohol, gegebenenfalls ein Lacton und gegebenenfalls ein organisches nicht-alkoholi- sches Lösungsmittel, und darin gelöst 15 bis 70 % Gew./Vol. Tricyclohexylzinn- oder Trineophyllzinnnoxid oder -hydroxid enthält. Die Konzentratformulierung ist in Wasser dispergierbar und äußerst kältestabil.</p>		

### **LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
AU	Australien	GA	Gabun	MW	Malawi
BB	Barbados	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BE	Belgien	HU	Ungarn	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	IT	Italien	RO	Rumänien
BJ	Benin	JP	Japan	SD	Sudan
BR	Brasilien	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SN	Senegal
CG	Kongo	LI	Liechtenstein	SU	Soviet Union
CH	Schweiz	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CM	Kamerun	LU	Luxemburg	TG	Togo
DE	Deutschland, Bundesrepublik	MC	Monaco	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		
FI	Finnland	ML	Mali		

## Kältestabile, in Wasser dispergierbare flüssige Konzentratformulierung

### Beschreibung

Diese Erfindung bezieht sich auf eine kältestabile, in Wasser dispergierbare, flüssige Konzentratformulierung einer akariziden Organozinnverbindung, das Herstellungsverfahren einer solchen Formulierung und deren Anwendung bei der Bekämpfung von Schädlingen.

Organozinnverbindungen sind seit vielen Jahren bekannt und sind beispielsweise in den GB-PS-en 1.327.336, 1.369.147 und 1.369.148 und den US-PS-en 3.264.177 und 3.389.048 beschrieben. Insbesondere bei der Bekämpfung von Schädlingen der Klasse Acarina werden solche Organozinnverbindungen verwendet, wobei speziell Tricyclohexylzinnderivate und Trineophyllzinnderivate eingesetzt werden. Cyhexatin (Tricyclohexylzinnhydroxid), ein Produkt der Fa. Dow Chemical mit der Handelsbezeichnung "Plictran", und Fenbutatinoxid (FBO = Bis-(tris(2-methyl)-2-phenylpropyl)zinnoxid), ein Produkt der Fa. Shell mit der Handelsbezeichnung "Vendex" (für die USA) bzw. "Torque" (außerhalb der USA), sind bekannte kommerziell erhältliche Beispiele.

Flüssige Konzentratformulierungen sollen wenigstens die folgenden Eigenschaften besitzen: Sie sollen homogene Produkte sein, die unter normalen Lagerbedingungen sich nicht zersetzen oder auskristallisieren; sie sollen leicht eine Disper-sion oder Lösung bilden, wenn sie zu Wasser in einem Sprühtank zugesetzt werden; sie sollen physikochemisch stabil sein; sie sollen eine zufriedenstellende Tieftemperaturstabilität aufweisen, d.h. die Formulierungen sollen bei tiefen Temperaturen nicht auskristallisieren, insbesondere nicht irreversibel ohne Anwendung von die Raumtemperatur überschreitender Temperaturen. Die Prüfung

solcher Formulierungen kann nach dem CIPAC-Test Nr. MT 39, einem offiziellen Test des Collaborative International Analytical Committee erfolgen. Der Wirkstoffgehalt soll unter Erhalt obiger Eigenschaften maximiert sein. Dies minimiert den Verpackungsbedarf, die Lagerhaltungskosten und reduziert den umweltbelastenden Gehalt an organischen Lösungsmitteln.

Es ist bekannt, daß die oben erwähnten Organozinnverbindungen bei Raumtemperatur in Wasser, Alkoholen und in den meisten organischen Lösungsmitteln, die im Pflanzenschutz Verwendung finden, nur eine geringe Löslichkeit besitzen. Daher war die Herstellung konzentrierter, flüssiger Formulierungen, beispielsweise emulgierbarer Konzentrate, trotz zahlreicher Bemühungen lange Zeit nicht möglich, obwohl dieser Formulierungstyp im allgemeinen Vorteile gegenüber benetzbaren Pulvern und Suspensionskonzentraten aufweist, wie z. B. den Vorteil der einfacheren Herstellung unter Verwendung billiger technischer Anlagen.

Weiters ist aus der EP-0 057 035 bekannt, daß bestimmte biozide Organozinnverbindungen durch die Verwendung von Alkoholen als Lösungsmittel (oder als Lösungsvermittler in Kombination mit einem mit Wasser nicht mischbaren, organischen Lösungsmittel) und Lösungstemperaturen von mindestens 50 °C nach Abkühlen stabile Lösungen bilden, deren Konzentration an Organozinnverbindung über der Raumtemperaturlöslichkeit in diesen Alkoholen liegt. Eine weitere Erhöhung dieser Konzentration wird durch Zugabe von bis zu 10 % Gew./Vol. einer Monocarbonsäure erreicht. Diese grenzflächenaktive Substanzen enthaltenen Lösungen können leicht mit Wasser unter Bildung von Dispersionen verdünnt werden.

Die resultierenden Formulierungen zeigen im Vergleich mit den handelsüblichen Suspensionskonzentraten ähnliche toxische Wirkungen bei viel niedrigerer Konzentration des aktiven Wirkstoffs, größere Wirkungsgeschwindigkeit und leicht überlegene Langzeitwirkung.

Nachteilig an diesen Formulierungen ist ihre unzureichende Tieftemperaturstabilität bei höheren Wirkstoffkonzentrationen, was eine praktische Verwendung nur unter kostenintensiven Lagerbedingungen oder nur bei Inkaufnahme der durch geringeren Wirkstoffgehalt auftretenden Nachteile möglich macht.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß grenzflächenaktive Substanzen enthaltende konzentrierte Suspensionen bestimmter biozider Organozinnverbindungen in im Pflanzenschutz üblichen organischen Lösungsmitteln durch den Zusatz von Borsäure und Alkohol bei Raumtemperatur in klare Lösungen übergeführt werden können. Statt Borsäure ist es auch möglich, eines deren Anhydride, wie Metaborsäure oder Bortrioxid, einzusetzen. Der Lösungsvorgang verläuft über eine Komplexbildung und führt in Abwesenheit grenzflächenaktiver Substanzen und geeigneter Lösungsvermittler zu zwei- oder mehrphasigen Systemen, aus denen jedoch nach Einbringen grenzflächenaktiver Substanzen klare Mikroemulsionen oder echte Lösungen entstehen. Die entstehenden Komplexe sind teilweise isolierbar und durch Sn-NMR identifizierbar. Die resultierenden Formulierungen enthalten diese bioziden Organozinnverbindungen in einer Konzentration, die sowohl die Raumtemperaturlöslichkeit im entsprechenden Alkohol bei weitem, als auch die nach dem Verfahren entsprechend EP-0 057 035 erhaltene Konzentration an der bioziden Organozinnverbindung in der Formulierung um 50 oder mehr % Gew./Vol. übertrifft. Weiters entsprechen die gemäß Erfindung hergestellten Formulierungen auch bei Konzentrationen bis zu 50 % Gew./Vol. an biozider Organozinnverbindung den Anforderungen bezüglich der Tieftemperaturstabilität und lassen sich mit Wasser leicht zu stabilen Dispersionen verdünnen.

Demgemäß betrifft die gegenständliche Erfindung eine kältestabile, in Wasser dispergierbare, flüssige Konzentratformulierung einer akariziden Organozinnverbindung, welche von 2,5 bis 30 % Gew./Vol. mindestens einer grenzflächenaktiven Substanz, Borsäure oder deren Anhydride, mindestens einen gesättigten oder ungesättigten geradkettigen oder verzweigten ein-, zwei- oder dreiwertigen Alkohol, gegebenenfalls substituiert durch eine oder mehrere Halogen-, Nitro-, Alkoxy-, Alkoxyalkoxy-, Alkoxycarbonyl-, Alkylcarbonyl-, Alkylcarbonyloxy- oder Arylgruppen, gegebenenfalls ein Lacton und gegebenenfalls ein organisches nicht-alkoholisches Lösungsmittel, und darin gelöst 15 bis 70 % Gew./Vol., vorzugsweise 15 bis 60 % Gew./Vol., Tricyclohexylzinn- oder Trineophyllzinnoxid oder -hydroxid enthält.

Die Molverhältnisse des entsprechenden Organozinnhydroxids zur Borsäure oder dem Borsäureäquivalent des Anhydrids und zum Hydroxyläquivalent des (der) enthaltenen Alkohols (Alkohole) betragen nach einem weiteren Merkmal der

Erfindung 1 : (0,5 bis 2) : (1 bis 5), vorzugsweise 1 : 1 : (2 bis 3) und insbesondere 1 : 1 : 3..

Die Formulierungen der vorliegenden Erfindung können durch ein Verfahren hergestellt werden, das die Bildung einer Lösung einer Organozinnverbindung durch Mischen von 15 bis 70 % Gew./Vol. des Trineophyllzinn- oder Tricyclohexylzinnoxids oder -hydroxids, 2,5 bis 30 % Gew./Vol. mindestens eines Emulgators, Borsäure oder deren Anhydride und mindestens eines wie oben definierten Alkohols in den oben definierten Molverhältnissen, und gegebenenfalls eines im Pflanzenschutz gebräuchlichen organischen nicht-alkoholischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches bei Temperaturen von 20 bis 80 °C, vorzugsweise von 50 bis 80 °C zur Beschleunigung der Lösungsbildung, umfaßt und gegebenenfalls eine teilweise oder vollständige Trocknung dieser Lösung mittels eines Molekularsiebes oder durch Abdestillieren von maximal 10 % Gew./Vol. einer Wasser enthaltenden Phase, (beispielsweise Vakuumfiltration bei erhöhter Temperatur). In letzterem Falle wird mit dem abdestillierten Anteil der nicht wassermischbaren Phase (2-phasiges Destillat) und/oder mit Lösungsmittel erneut auf ein definiertes Volumen aufgefüllt.

Die Herstellung der Lösung der Organozinnverbindung kann durch Herstellung eines Vorkonzentrates durch Mischen von 15 bis 70 % Gew./Vol. des Trineophyllzinn- oder Tricyclohexylzinnoxids oder -hydroxids, Borsäure oder deren Anhydride und mindestens eines Teils des wie oben definierten Alkohols in den oben definierten Molverhältnissen, und gegebenenfalls eines Teiles des Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches bei 20 bis 80 °C, insbesondere bei 50 bis 80 °C, erfolgen, wobei gegebenenfalls eine teilweise oder vollständige Trocknung dieses Vorkonzentrates mittels eines Molekularsiebes oder durch Abdestillieren einer Wasser enthaltenden Phase (beispielsweise Vakuumfiltration bei erhöhter Temperatur), vorgenommen wird. Das entstehende Vorkonzentrat kann ein- oder mehrphasig sein. Anschließend erfolgt die Zugabe des Emulgators, des fehlenden Teils des Alkohols und das Auffüllen mit Lösungsmittel (Lösungsmittelgemisch) auf ein definiertes Volumen.

Die bevorzugten Organozinnverbindungen für die dieser Erfindung entsprechenden Formulierungen sind Cyhexatin und speziell Fenbutatinoxid. Es ist vorteil-

haft, den Anteil der Organozinnverbindung in der Formulierung zwischen 15 und 60 % Gew./Vol. zu wählen.

Der (die) gegebenenfalls substituierte(n) gesättigte(n) oder ungesättigte(n) mono-, di- oder trifunktionelle(n) Alkohol(e) enthält (enthalten) bis zu 18 Kohlenstoffatome. Der Alkohol kann geradkettig, verzweigt oder eine alicyclische Verbindung sein und jeder gegebenenfalls vorhandene Alkyl- oder Alkenylsubstituent kann geradkettig oder verzweigt sein. Der Alkohol kann auch durch eine oder mehrere Halogen-, Nitro-, Alkoxy-, Alkoxyalkoxy-, Alkoxycarbonyl-, Alkylcarbonyl-, Alkylcarbonyloxygruppen substituiert sein. Alkyl- oder Alkenylgruppen in einem gegebenenfalls vorhandenen Substituenten sollen vorzugsweise 1 bis 6 Kohlenstoffatome enthalten. Als Arylsubstituenten werden Phenylgruppen bevorzugt, gegebenenfalls substituiert durch eine oder mehrere Einheiten unabhängig gewählt aus der Gruppe der Halogen-, vorzugsweise Chlor- oder Bromatome, Alkyl-, vorzugsweise Methyl-, und Alkoxy-, vorzugsweise Methoxygruppen. Beispiele für monofunktionelle Alkohole inkludieren C<sub>1-8</sub>-Alkanole, wie Methanol, Isobutanol und n-Oktanol. Beispiele für alicyclische Alkohole sind Cyclohexanol und Cyclopentanol. Beispiele für ungesättigte Alkohole inkludieren monoolefinisch ungesättigte Alkohole wie Oleylalkohol. Beispiele 2-wertiger Alkohole schließen C<sub>1-6</sub>-Glykole, wie Propylenglykol, Alkyl-nitro-alkandiole wie 2-Methyl-2-nitro-1,3-propandiol und Hexylenglykol (2-Methyl-2,4-pentandiol) ein. Beispiele für einwertige durch eine Alkylcarbonyloxygruppe substituierte Alkohole sind teilveresterte Glykole. Alkoxysubstituierte Alkohole sind z.B. 2-Methoxyethanol, 1-Methoxy-2-propanol und 2-n-Butoxyethanol. Alkylcarbonylsubstituierte Alkohole schließen z.B. Ethyllactat ein. Als alkoxyalkoxysubstituierter Alkohol ist z.B. Diethylenglykolmonoethylether anzuführen. Ein Beispiel eines Arylalkohols ist Benzylalkohol.

Die am meisten bevorzugten Alkohole sind primäre Alkanole, primäre Alkoxyalkanole, Alkoxyalkoxyalkanole mit 3 - 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise Isobutanol, 2-Ethoxyethanol, Diethylenglykolmonoethylether, Propylenglykol, Propan-1,3-diol und Hexylenglykol.

Konzentratformulierungen mit dem Wirkstoff Cyhexatin® ergeben mit Isobutanol oder Hexylenglykol sehr gute Ergebnisse.

Als Lösungsmittel kommen in Frage: Aromatische Kohlenwasserstoffe, bevorzugt die Fraktionen C<sub>8</sub>-C<sub>12</sub>, wie z.B. Xylolgemische oder substituierte Naphthaline, die unter den Handelsnamen Solvesso (z.B. Solvesso 100), ein mehr als 95 Vol. % Aromaten enthaltendes Lösungsmittel, oder Shellsol (z.B. Shellsol A), Sortiment von hochsiedenden Kohlenwasserstoff-Lösungs- und Verdünnungsmitteln, nicht-aromatische Kohlenwasserstoffe wie Cyclohexan oder Paraffine, raffinierte Mineral- oder Pflanzenöle, Ketone wie Cyclohexanon, 5-Methyl-2-hexanon und stark polare Lösungsmittel, wie z.B. Butyrolacton.

Bevorzugt zum Einsatz kommen mit Wasser nicht mischbare organische Lösungsmittel mit relativ hohem Siedepunkt, deren übrige Eigenschaften dem vorgesehenen Einsatz der Formulierung entsprechen, wie z.B. geringe Phytotoxizität des Lösungsmittels bei Verwendung im Pflanzenschutz gegen Milben. Polare Lösungsmittel kommen üblicherweise nur bei Verwendung von mit polaren Gruppen substituierten Alkoholen, wie z.B. 2-Methyl-2-nitro-propandiol-1,3 oder Glycerin zum Einsatz. Das Lösungsmittel hat die Funktion eines mischbaren Trägers, mit dem nach Mischen der essentiellen Formulierungsbestandteile auf ein definiertes Volumen, wie bei Herstellung von Emulsionskonzentraten üblich, aufgefüllt wird.

Die konzentrierten flüssigen Formulierungen der vorliegenden Erfindung enthalten 2,5 bis 30 % Gew./Vol. mindestens einer grenzflächenaktiven Verbindung, um das Dispergieren bei Verdünnen mit Wasser zu gewährleisten. Die vorzugsweise angewandte Konzentration an grenzflächenaktiver Verbindung in der Formulierung ist 5 bis 15 % Gew./Vol.

Es können nicht-ionische, anionische und kationische grenzflächenaktive Verbindungen (Tenside) verwendet werden, wobei üblicherweise eine Mischung von zwei oder mehreren grenzflächenaktiven Verbindungen vorteilhaft ist. Mit Mischungen nicht-ionischer und anionischer grenzflächenaktiver Verbindungen wurden insbesondere sehr gute Ergebnisse erzielt. Jedem auf dem Gebiet der Formulierung tätigen Fachmann wird die Auswahl einer geeigneten grenzflächenaktiven Verbindung bzw. eines grenzflächenaktiven Verbindungsgemisches keine Schwierigkeiten bereiten.



Als nicht-ionische Tenside kommen in erster Linie Kondensationsprodukte von aliphatischen oder cycloaliphatischen Alkoholen, aliphatischen Aminen, gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren, Alkylphenolen und Arylphenolen mit Ethylenoxid, Propylenoxid oder Mischungen von Ethylen- und Propylenoxiden, sowie Polyethylenoxidaddukte an Polypropylenglykol, Ethylendiaminopolypropylenglykol und Alkylpolypropylenglykol in Frage. Weiters kommen auch Fettsäureester von Polyoxyethylensorbitan sowie das Polyoxyethylensorbitantrioleat in Betracht.

Anionische Tenside inkludieren Alkali-, Erdalkali- oder gegebenenfalls substituierte Ammoniumsalze der höheren Fettsäuren oder natürlicher Fettsäuregemische oder partiell veresterter Dicarbonsäuren. Weiters gehören dazu Fettsulfonate, Fettsulfate, sulfonierte Benzimidazolderivate und Alkylarylsulfonate. Ferner kommen auch entsprechende Phosphate wie z.B. Salze des Phosphorsäureesters eines p-Nonylphenoethoxylates oder Phospholipide in Frage.

Bei kationischen Tensiden handelt es sich vor allem um quartäre Ammoniumsalze, welche als N-Substituenten mindestens eine Alkylrest mit 8 -22 C-Atomen enthalten und als weitere Substituenten niedrige, gegebenenfalls halogenierte Alkyl-, Benzyl- oder niedrige Hydroxyalkylreste aufweisen. Die Salze liegen vorzugsweise als Halogenide, Methylsulfate oder Ethylsulfate vor, z.B. das Stearyltrimethylammoniumchlorid oder das Benzyl-di-(2-chlorethyl)-ethylammoniumbromid.

Als vorteilhafte Mischungen von Tensiden haben sich vor allem Mischungen anionischer, wie Salze der Alkylarylsulfonate mit nicht-ionischen, wie Nonylphenolpolyethoxyethanolen, ethoxylierten Pflanzenölen, Rizinusölpolyglykoethern oder Fettsäureestern von Polyoxyethylensorbitan erwiesen.

Die Konzentratformulierung der gegenständlichen Erfindung kann zusätzlich bis zu 20 % Gew./Vol. eines oder mehrerer Stabilisatoren, Eindringhilfsmittel und/oder Korrosionsinhibitoren und/oder bis zu 20 % Gew./Vol. einer oder mehrerer Verbindungen mit schädlingsbekämpfenden, fungiziden oder eine Lockwirkung ausübenden Eigenschaften, z.B. Insektizide wie Cypermethrin oder Fenvalerate enthalten.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Formulierungen erfolgt die Auflösung der bioziden Organozinnverbindung im Temperaturbereich von 20 bis 80 °C, wobei als obere Temperaturgrenze die Siedetemperatur der Lösung zu betrachten ist. Um eine entsprechende Lösungsgeschwindigkeit zu gewährleisten, ist der Temperaturbereich von 50 bis 80 °C zu bevorzugen.

Die Reihenfolge der Mischung der Komponenten scheint ohne Bedeutung zu sein.

Ein weiterer Bestandteil der Erfindung ist ein Verfahren zur Bekämpfung von Schädlingen am Ort ihres Auftretens durch das Aufbringen einer Dispersion der beschriebenen bioziden flüssigen Formulierung in Wasser an besagtem Ort.

Die vorliegende Erfindung wird durch die folgenden Beispiele näher erläutert, in denen bedeuten:

Marlowet EF: eine Mischung von Carbonsäurepolyglykolestern

Atlox 4851-B und

Atlox 4855-B: Alkylarylsulfonat in Mischung mit Polyoxyethylentriglycerid

Atlox 4857-B: Alkylarylsulfonat in Mischung mit Polyoxyethylenalkylphenol

Atlox 3335-B: Alkylarylsulfonat in Mischung mit Polyoxyethylensorbitantall-  
ölester

Atlox 3386-B: Alkylarylsulfonat in Mischung mit Polyoxyethylensorbitfett-  
säureester

Atlox 3400-B: Alkylarylsulfonat mit Polyoxyethylenalkylphenyl

Tween 65 (Atlas Chemie): Polyoxyethylen (20)sorbitantristearat

Wettol EM2: Ethoxyliertes Alkylphenol

Wettol EM1: Alkylarylsulfonat (70%ige Lösung in niederem Alkohol)

Servirox OEG 45: Ethoxyliertes Rizinusöl

## Beispiel 1:

Borsäure, Isobutanol und der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels werden in einem Reaktionsgefäß gemischt und unter Rühren auf 80 °C erhitzt. Nach Zugabe von 200 g Molekularsieb (Union Carbide Typ 3A, 1/16") wird das Fenbutatinoxid eingetragen und bei 80 °C bis zu Klärung der Lösung gerührt.

Anschließend wird das Molekularsieb und unlösliche Verunreinigungen durch Vakuumfiltration entfernt. Das Waschen des Filterkuchens erfolgt mit auf 60 °C erhitztem Lösungsmittel. Nach Abkühlen des Filtrates auf Raumtemperatur werden die Emulgatoren zugegeben und mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierenden Formulierungen sind homogene Flüssigkeiten, die sowohl nach 3-monatiger Lagerung bei 50 °C bzw. Raumtemperatur als auch nach 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen bleiben und in Wasser unter Bildung einer homogenen Emulsion leicht dispergieren.

FBO	400 g	400
Borsäure	47 g	47
Isobutanol	113 g	113
Atlox 4855-B	70 g	70
Atlox 4880-B	30 g	30
Solvesso 100	ad 1 l	-
Cumol	-	ad 1 l

## Beispiel 2:

FBO, Borsäure, 2-Methyl-2-nitro-1,3-propandiol, die Emulgatoren und der Großteil des Xylols werden mit 200 g Molekularsieb (Union Carbide Typ 3A, 1/16") in einem Reaktionsgefäß gemischt und unter Rühren auf 80 °C erhitzt und bei 80

°C bis zur Klärung der Lösung gerührt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, das 4-Butyrolacton zugegeben, und das Molekularsieb und unlösliche Verunreinigung durch Vakuumfiltration entfernt. Anschließend wird mit Xylol auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn nötig, nochmals filtriert. Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl bei Raumtemperatur als auch nach 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen bleibt und in Wasser unter Bildung einer homogenen Emulsion leicht dispergiert.

FBO	200 g
Borsäure	23,5 g
2-Methyl-2-nitro-1,3-propandiol	52,4 g
Atlox 4880-B	25,0 g
Atlox 3335-B	50,0 g
Atlox 4857-B	25,0 g
4-Butyrolacton	250,0 g
Xylol	ad 1 l

### Beispiel 3:

Borsäure, Propandiol, 111 g 2-Methyl-2-butanol und die Emulgatoren werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren auf 80 °C erhitzt. Anschließend wird das Fenbutatinoxid eingetragen und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 30 min). Die Lösung wird unter Rühren auf 40 °C gekühlt und mittels Vakuumfiltration von unlöslichen Verunreinigungen befreit. Nach Abkühlen des Filtrates auf Raumtemperatur wird mit 2-Methyl-2-butanol auf 1 l aufgefüllt und, wenn notwendig, nach 48 h nochmals filtriert.

Die resultierenden Formulierungen sind homogene Flüssigkeiten, die bei Raumtemperatur homogen bleiben und in Wasser unter Bildung einer homogenen Emulsion leicht dispergieren.

FBO	600 g	600 g
Borsäure	70 g	71 g
Propandiol-1,3	87 g	-

11

Propandiol-1,2	-	87 g
2-Methyl-2-butanol	111 g	111 g
Atlox 4855-B	75 g	75 g
Atlox 4880-B	75 g	75 g
2-Methyl-2-butanol	ad 1 l	ad 1 l

## Beispiel 4:

Borsäure, Isobutanol und die Emulgatoren werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren auf 80 °C erhitzt. Anschließend wird das Fenbutatinoxid eingetragen und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 30 min.) Die Lösung wird unter Rühren auf 40 °C gekühlt und mittels Vakuumfiltration von unlöslichen Verunreinigungen befreit. Nach Abkühlen des Filtrates auf Raumtemperatur wird mit Solvesso 100 auf 1 l aufgefüllt und, wenn notwendig, nach 48 h nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die bei Raumtemperatur homogen bleibt und in Wasser unter Bildung homogener Emulsionen leicht dispergiert.

FBO	600 g
Borsäure	71 g
Isobutanol	238 g
Wettol EM1	50 g
Wettol EM2	50 g
Solvesso 100	ad 1 l

## Beispiel 5:

Der Großteil des Isobutanols, des Solvesso 100 und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf 50 °C abkühlen und entfernt mittels Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Be-

standteile. Der Filterkuchen wird mit Isobutanol nachgewaschen und mit Solvesso 100 auf 1 l aufgefüllt und nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine viskose homogene Flüssigkeit, die bei Raumtemperatur homogen bleibt und sich in Wasser zu einer homogenen Emulsion dispergieren läßt.

FBO	700 g
Borsäure	82 g
Isobutanol	273 g
Wettol EM1	75 g
Marlowet EF	75 g
Solvesso 100	ad 1 l

#### Beispiel 6:

Der Großteils des Isobutanol und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 15 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf 50 °C abkühlen und entfernt mittels Druckfiltration bei 50 °C unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Der Filterkuchen wird mit 50 °C erhitztem Isobutanol nachgewaschen und nach Abkühlen des Filtrats auf Raumtemperatur wird mit Isobutanol auf 1 l aufgefüllt. Nach 48 h wird, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine viskose homogene Flüssigkeit, die bei Raumtemperatur homogen bleibt und sich in Wasser zu einer homogenen Emulsion dispergieren läßt.

FBO	700 g
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	46,3 g
Isobutanol	182,2 g
Wettol EM1	50,0 g
Servirox OEG 45	150,0 g

## Beispiel 7:

Borsäure, Isobutanol und Fenbutatinoxid werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 15 min). Die Lösung wird unter Rühren auf 50 °C gekühlt und mittels Vakuumfiltration von unlöslichen Verunreinigungen befreit. Das Filtrat wird mit Solvesso 100 auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 7-tägiger Lagerung bei -10 °C homogen bleibt und in Wasser unter Bildung einer homogenen Emulsion leicht dispergiert.

FBO	250 g
Borsäure	29 g
Isobutanol	91 g
Wettol EM1	50 g
Wettol EM2	50 g
Solvesso 100	ad 1 l

## Beispiel 8:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf 50 °C abkühlen und entfernt mittels Vakuumfiltration oder Druckfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Das Filtrat wird mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl nach 3-monatiger Lagerung bei 50 °C bzw. Raumtemperatur als auch bei 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

FBO (g)	400	400	400	400	400	400	400
Borsäure (g)	47	47	47	47	47	-	47
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g)	-	-	-	-	-	27	-
Isobutanol (g)	113	113	113	113	113	113	113
Atlox 4855 B (g)	88	81	75	88	94	95	94
Atlox 4880 B (g)	38	44	-	38	-	-	31
Marlowet EF (g)	-	-	50	-	31	30	-
Cumol	ad 1 l	-	-	-	-	-	ad 1 l
Solvesso 100	-	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l	-

#### Beispiel 9:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß bei Raumtemperatur bis zur Klärung gerührt (ca. 4 h). Anschließend entfernt man mittels Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Das Filtrat wird mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

FBO	500 g
Borsäure	59 g
Isobutanol	200 g
Wettol EM1	50 g
Wettol EM2	50 g
Solvesso 100	ad 1 l



## Beispiel 10:

Die Herstellung der Formulierung erfolgt entsprechend Beispiel 19, wobei jedoch anstatt Vakuumfiltration Druckfiltration angewendet wird.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 7-tägiger Lagerung bei -10 °C homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

FBO	400 g
Borsäure	47 g
Isobutanol	113 g
Atlox 4855-B	81 g
Atlox 4880-B	44 g
Solvesso 100	ad 1 l

## Beispiel 11:

Die Herstellung der Formulierung erfolgt entsprechend Beispiel 10. Die Eigenschaften der Formulierung sind gleich wie in Beispiel 9.

FBO	400 g
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	27 g
2-Methylpentandiol-2,4	90 g
Isobutanol	57 g
Wettol EM1	65 g
Wettol EM2	55 g
Solvesso 100	ad 1 l

## Beispiel 12:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf 50 °C abkühlen und entfernt mittels Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Das Filtrat wird mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl nach 3-monatiger Lagerung bei 50 °C bzw. Raumtemperatur als auch bei 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

FBO (g)	400	400	400	400	400	400
Borsäure (g)	47	47	47	47	47	47
Propandiol 1,2 (g)	58	59	-	-	-	-
Cyclohexanol (g)	76	56	76	76	-	-
2 Methyl-pentadiol 2,4 (g)	-	-	91	91	91	99
Isobutanol (g)	57	57	57	57	57	57
4-Butyrolacton (g)	-	-	-	-	-	65
Wettol EM1 (g)	42	40	52	62	65	57
Wettol EM2 (g)	58	60	48	58	55	55
Solvesso 100	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l

## Beispiel 13:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf 50 °C abkühlen und entfernt mittels Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Das Filtrat wird mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l

aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl nach 3-monatiger Lagerung bei 50 °C als auch bei Raumtemperatur homogen bleibt. Nach 7-tägiger Lagerung bei 0 °C auftretende Inhomogenitäten verschwinden nach 3-stündiger Lagerung bei Raumtemperatur (Test entsprechend CIPAC MT 39.1 zur Prüfung der Kältestabilität emulgierbarer Konzentrate). Die Formulierung dispergiert in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion.

FBO (g)	500	500	500
Borsäure (g)	59	59	59
Propandiol-1,3 (g)	72	-	-
Propandiol-1,2 (g)	-	72	-
Isobutanol (g)	70	70	200
Wettol EM1 (g)	50	50	50
Wettol EM2 (g)	50	50	50
Solvesso 100	ad 1 l	ad 1 l	ad 1 l

#### Beispiel 14:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf Raumtemperatur abkühlen und entfernt mittels Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Das Filtrat wird mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die bei Lagerung bei Raumtemperatur und bei 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

FBO (g)	Borsäure (g)	Alkohol (g)	Wettol EM1 (g)	Wettol EM2 (g)	Solvesso 10
300	35	149 <sup>1</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	124 <sup>2</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	85 <sup>3</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	135 <sup>4</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	103 <sup>5</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	103 <sup>6</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	202 <sup>7</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	177 <sup>8</sup>	50	50	ad 1 l
200	24	99 <sup>9</sup>	50	50	ad 1 l
200	24	120 <sup>10</sup>	50	50	ad 1 l
300	35	49 <sup>11</sup>	50	50	ad 1 l

<sup>1</sup> n-Octanol<sup>3</sup> Butan-2-ol<sup>5</sup> 1-Methoxy-2-propanol<sup>7</sup> Diethylenglykolmonoethylether<sup>8</sup> Diacetonalcohol<sup>10</sup> Ethylacetat<sup>2</sup> Benzylalkohol<sup>4</sup> 2n-Butoxyethanol<sup>6</sup> 2-Ethoxyethanol<sup>9</sup> Cyclohexanol<sup>11</sup> Methanol

## Beispiel 15:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und die restlichen Formulierungsbestandteile werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf 50 °C abkühlen und entfernt mittels Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff unlösliche Bestandteile. Das Filtrat wird mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl nach 3-monatiger Lagerung bei 50 °C als auch nach 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen ist und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

Cyhexatin	300 g
Borsäure	48 g
2-Methyl-pentandiol-2,4	92 g
Isobutanol	58 g
Wettol EM1	28 g
Wettol EM2	22 g
Cumol	ad 1 l

## Beispiel 16:

Der Großteil des nicht-alkoholischen Lösungsmittels und 2-Ethyl-1-hexanol werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt. Dann wird die Borsäure, das Cyhexatin und 150 g Molekularsieb (Union Carbide TYP 3A, 1/16") eingetragen und bei 80 °C bis zur Klärung der Lösung gerührt (ca. 20 min). Anschließend läßt man die Lösung unter Rühren auf Raumtemperatur abkühlen und entfernt durch Vakuumfiltration unter Zuhilfenahme von Filterhilfsstoff Molekularsieb und unlösliche Bestandteile. Zum Filtrat werden die Emulgatoren zugegeben und mit dem nicht-alkoholischen Lösungsmittel auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die sowohl nach 3-monatiger Lagerung bei 50 °C als auch nach 7-tägiger Lagerung bei 0 °C homogen ist und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

Cyhexatin	250 g
Borsäure	40 g
2-Ethyl-1-hexanol	169 g
Atlox 4857-B	50 g
Atlox 4851-B	50 g
Cumol	ad 1 l

## Beispiel 17:

Borsäureanhydrid, Glycerin, Isobutanol, Wettol EM1 und Wettol EM2 werden in einem Reaktionsgefäß unter Rühren in ca. 15 min auf 80 °C erhitzt, Solvesso 100 und anschließend FBO eingetragen und bei 80 °C ca. 30 min gerührt. Nach Abkühlen auf 50 °C wird der Großteil des 4-Butyrolactons zugegeben und 15 min bei ca. 30 °C gerührt. Die Lösung wird durch Vakuumfiltration von unlöslichen Verunreinigungen befreit und bei Raumtemperatur mit 4-Butyrolacton auf 1 l aufgefüllt. Die auf 5 °C gekühlte Lösung wird nach 48 h, wenn notwendig, nochmals filtriert.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene Flüssigkeit, die bei Raumtemperatur oder 7 Tage bei 0 °C gelagert homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

FBO	300 g
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20 g
Glycerin	53 g
Isobutanol	42 g
Wettol EM1	75 g
Wettol EM2	75 g
Solvesso 100	260 g
4-Butyrolacton	ad 1 l

## Beispiel 18:

Fein gemahlenes B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wird mit Isobutanol, Propandiol-1,2 und einem Großteil des Solvesso 100 in einem Reaktionsgefäß auf 50°C erhitzt und 10 min. gerührt. Nach Zugabe des Fenbutatinoxids wird die Temperatur der Suspension auf 75°C erhöht und bis zur Klärung der Lösung weitere 15 min. gerührt. Nach Abkühlen der Lösung auf 50°C werden die Emulgatoren zugegeben und weitere 15 min. bei 50°C gerührt. Die warme Lösung wird durch Vakuumfiltration von unlöslichen Bestandteilen befreit, wobei eine damit verbundene Abtrennung geringer hydrophiler Lösungsanteile vorteilhaft ist. Anschließend wird die Lösung mit solvesso 100 auf 1 l aufgefüllt.

Die resultierende Formulierung ist eine homogene flüssigkeit, die sowohl bei 3monatiger Lagerung bei 50°C als auch bei Raumtemperatur homogen bleibt. Nach 7tägiger Lagerung bei 0°C auftretende Inhomogenitäten verschwinden nach 3stündiger Lagerung bei Raumtemperatur (Test entsprechend CIPAC MT 39.1 zur Prüfung der Kältestabilität emulgierbarer Konzentrate). Die Formulierung dispergiert in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion.

FBO	549,98 g
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36,8 g
Propandiol-1,2	80,4 g
Isobutanol	155,7 g
Wettol EM1	50 g
Wettol EM2	50 g
Solvesso 100	ad 1 l

#### Beispiel 19:

Der Großteil des Cumols, 2-Methyl-2,4-pentandiol und B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> werden in einem Reaktionsgefäß unter rühren auf 50°C erhitzt und weitere 15 min. gerührt. Nach Zugabe des Cyhexatin wird die resultierende Suspension auf 80°C erhitzt und bis zu ihrer Klärung gerührt. Anschließend werden durch azeotrope Vakuumdestillation 1,43 - 1,5 Mol Wasser pro Mol Cyhexatin entfernt. Die Oberphase des Destillats (Cumol) wird wieder mit der Cyhexatinlösung vereinigt und diese nach 24stündigem Stehen bei Raumtemperatur durch Filtration von unlöslichen Bestandteilen befreit. Nach Zugabe der Emulgatoren zum Cyhexatinkonzentrat wird mit Cuol auf 1 l aufgefüllt.

Die resultierende Formulierung ist eine viskose, homogene Flüssigkeit, die sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 7tägiger Lagerung bei 0°C homogen bleibt und in Wasser leicht zu einer homogenen Emulsion dispergiert.

Cyhexatin	554,99 g
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50,6 g
2-Methyl-2,4-pentandiol	171,7 g

22

Atlox 3400-B	80,0 g
Atlox 3386-B	15,0 g
TWEEN 65	5,0 g
Cumol	ad 1 l



## Patentansprüche

1. Kältestabile, in Wasser dispergierbare flüssige Konzentratformulierung einer akariziden Organozinnverbindung, dadurch gekennzeichnet, daß sie 2,5 bis 30 % Gew./Vol. mindestens einer grenzflächenaktiven Substanz, Borsäure oder deren Anhydride, mindestens einen gesättigten oder ungesättigten geradkettigen oder verzweigten ein-, zwei- oder dreiwertigen Alkohol, gegebenenfalls substituiert durch eine oder mehrere Halogen-, Nitro-, Alkoxy-, Alkoxyalkoxy-, Alkoxyacetyl-, Alkylacetyl-, Alkylacetyloxy- oder Arylgruppen, gegebenenfalls ein Lacton und gegebenenfalls ein organisches nicht-alkoholisches Lösungsmittel, und darin gelöst 15 bis 70 % Gew./Vol., vorzugsweise 15 - 60 % Gew./Vol., Tricyclohexylzinn- oder Trineophyllzinnoxid oder -hydroxid enthält.
2. Konzentratformulierung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Molverhältnisse des entsprechenden Organozinnhydroxids zur Borsäure oder dem Borsäureäquivalent des Anhydrids und zum Hydroxyläquivalent des (der) enthaltenen Alkohols (Alkohole) 1 : (0,5 bis 2) : (1 bis 5), vorzugsweise 1 : 1 : 2 bis 3, insbesondere 1 : 1 : 3 betragen.
3. Konzentratformulierung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie kein nicht-alkoholisches organisches Lösungsmittel enthält, und die Menge an Emulgator über 10 % Gew./Vol. beträgt.
4. Konzentratformulierung nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Organozinnverbindung Cyhexatin oder Fenbutatinoxid ist.
5. Konzentratformulierung nach einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der oder jeder gegebenenfalls substituierte Alkohol bis zu 18 Kohlenstoffatome enthält.

6. Konzentratformulierung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der gegebenenfalls substituierte Alkohol ein primärer Alkanol, ein primärer Alkoxyalkanol, ein Alkoxyalkoxyalkanol mit insgesamt 1 bis 6 Kohlenstoffatomen oder Propandiol-1,2, Propandiol-1,3 oder Hexylenglykol ist.
7. Verfahren zur Herstellung eines Konzentrates nach einem der vorstehenden Ansprüche, umfassend die Bildung einer Lösung einer Organozinnverbindung durch Mischen von 15 bis 70 % Gew./Vol. des Trineophyllzinn- oder Tricyclohexylzinnoxids oder -hydroxids, 2,5 bis 30 % Gew./Vol. mindestens eines Emulgators, Borsäure oder deren Anhydride und mindestens eines gesättigten oder ungesättigten ein-, zwei- oder dreiwertigen, gegebenenfalls durch eine oder mehrere Halogen-, Nitro-, Alkoxy-, Alkoxyalkoxy-, Alkoxycarbonyl-, Alkylcarbonyl-, Alkylcarbonyloxy- oder Arylgruppen substituierten Alkohols, wobei die Molverhältnisse des entsprechenden Organozinnhydroxids zur Borsäure oder zum Borsäureäquivalent des Anhydrids und zum Hydroxyläquivalent des (der) enthaltenden Alkohols (Alkohole) 1: (0,5 bis 2) : (1 bis 5) betragen, und gegebenenfalls eines nicht-alkoholischen organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches bei Temperaturen von 20 bis 80 °C, vorzugsweise von 50 bis 80 °C zur Beschleunigung der Lösungsbildung, und gegebenenfalls eine teilweise oder vollständige Trocknung dieses Konzentrates.
8. Verfahren zur Herstellung einer wässrigen Dispersion einer Organozinnverbindung, welches ein Dispergieren eines Konzentrates gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6 in Wasser umfaßt.
9. Verfahren zur Bekämpfung von Schädlingen an einem Ort, welches ein Aufbringen einer wässrigen Dispersion eines Konzentrates gemäß Anspruch 8 auf den Ort umfaßt.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/EP 88/00118

<b>I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> (If several classification symbols apply, indicate all) <sup>6</sup> According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC Int.Cl. 4      A 01 N 55/04; A 01 N 25/04; A 01 N 25/02																	
<b>II. FIELDS SEARCHED</b> <div style="text-align: center; border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Minimum Documentation Searched <sup>7</sup></div> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20%; border-bottom: 1px solid black;">Classification System</td> <td style="border-bottom: 1px solid black;">Classification Symbols</td> </tr> <tr> <td style="height: 40px; vertical-align: bottom;">Int.Cl. 4</td> <td style="vertical-align: bottom;">A 01 N</td> </tr> </table> <div style="text-align: center; border-top: 1px solid black; border-bottom: 1px solid black;">Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched <sup>8</sup></div>			Classification System	Classification Symbols	Int.Cl. 4	A 01 N											
Classification System	Classification Symbols																
Int.Cl. 4	A 01 N																
<b>III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <sup>9</sup></b> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 10%; border-bottom: 1px solid black;">Category <sup>*</sup></th> <th style="width: 70%; border-bottom: 1px solid black;">Citation of Document, <sup>11</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup></th> <th style="width: 20%; border-bottom: 1px solid black;">Relevant to Claim No. <sup>13</sup></th> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">X</td> <td>EP, A, 0153582 (CHEMIE LINZ) 04 September 1985; see claims 1,3,10; page 14, example 54</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">1-9</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>EP, A, 0057035 (SHELL) 04 August 1982, see claims cited in the application</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">1-9</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>CH, A, 427404 (MONSANTO) 30 June 1967, see page 1, lines 1-32; page 2, lines 14-21, 36-44</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">1-9</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">A</td> <td>EP, A, 0084457 (DOW) 27 July 1983, see claims</td> <td style="text-align: center; vertical-align: top;">1-9</td> </tr> </table>			Category <sup>*</sup>	Citation of Document, <sup>11</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup>	Relevant to Claim No. <sup>13</sup>	X	EP, A, 0153582 (CHEMIE LINZ) 04 September 1985; see claims 1,3,10; page 14, example 54	1-9	A	EP, A, 0057035 (SHELL) 04 August 1982, see claims cited in the application	1-9	A	CH, A, 427404 (MONSANTO) 30 June 1967, see page 1, lines 1-32; page 2, lines 14-21, 36-44	1-9	A	EP, A, 0084457 (DOW) 27 July 1983, see claims	1-9
Category <sup>*</sup>	Citation of Document, <sup>11</sup> with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup>	Relevant to Claim No. <sup>13</sup>															
X	EP, A, 0153582 (CHEMIE LINZ) 04 September 1985; see claims 1,3,10; page 14, example 54	1-9															
A	EP, A, 0057035 (SHELL) 04 August 1982, see claims cited in the application	1-9															
A	CH, A, 427404 (MONSANTO) 30 June 1967, see page 1, lines 1-32; page 2, lines 14-21, 36-44	1-9															
A	EP, A, 0084457 (DOW) 27 July 1983, see claims	1-9															
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p><sup>*</sup> Special categories of cited documents: <sup>10</sup></p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> </div> </div>																	
<b>IV. CERTIFICATION</b> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; border-bottom: 1px solid black;">Date of the Actual Completion of the International Search</td> <td style="width: 50%; border-bottom: 1px solid black;">Date of Mailing of this International Search Report</td> </tr> <tr> <td style="border-bottom: 1px solid black;">08 June 1988 (08.06.88)</td> <td style="border-bottom: 1px solid black;">07 July 1988 (07.07.88)</td> </tr> <tr> <td style="border-bottom: 1px solid black;">International Searching Authority</td> <td style="border-bottom: 1px solid black;">Signature of Authorized Officer</td> </tr> <tr> <td style="height: 30px; vertical-align: bottom;">European Patent Office</td> <td></td> </tr> </table>			Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	08 June 1988 (08.06.88)	07 July 1988 (07.07.88)	International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	European Patent Office								
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report																
08 June 1988 (08.06.88)	07 July 1988 (07.07.88)																
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer																
European Patent Office																	

# ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

EP 8800118  
SA 21039

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 23/06/88. The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A- 0153582	04-09-85	DE-A- 3404253	08-08-85
		JP-A- 60181092	14-09-85
		AU-A- 3808385	15-08-85
		US-A- 4608440	26-08-86
EP-A- 0057035	04-08-82	GB-A,B 2091558	04-08-82
		JP-A- 57142905	03-09-82
		AU-A- 7970382	05-08-82
		CA-A- 1174804	25-09-84
		AT-B- E11093	15-01-85
		AU-B- 545999	08-08-85
CH-A- 427404		Keine	
EP-A- 0084457	27-07-83	EP-A- 0085501	10-08-83
		GB-A,B 2113093	03-08-83
		JP-A- 58131901	06-08-83
		JP-A- 58131908	06-08-83
		AU-A- 1058883	28-07-83
		AU-A- 1058983	28-07-83
		GB-A,B 2115420	07-09-83
		CA-A- 1198670	31-12-85
		AU-B- 556936	27-11-86
		AU-B- 558311	29-01-87

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 88/00118

<b>I. KLASSIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS</b> (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben) <sup>6</sup> Nach der internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC Int. Cl. 4     A 01 N 55/04; A 01 N 25/04; A 01 N 25/02		
<b>II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE</b> <div style="text-align: right; margin-right: 100px;">Recherchierte Mindestprüfstoff<sup>7</sup></div>		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int. Cl. 4	A 01 N	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen <sup>8</sup>		
<b>III. EINSCHLÄGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN<sup>9</sup></b>		
Art*	Kennzeichnung der Veröffentlichung <sup>11</sup> , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile <sup>12</sup>	Betr. Anspruch Nr. <sup>13</sup>
X	EP, A, 0153582 (CHEMIE LINZ) 4. September 1985, siehe Ansprüche 1,3,10; Seite 14, Beispiel 54 --	1-9
A	EP, A, 0057035 (SHELL) 4. August 1982, siehe Ansprüche in der Anmeldung erwähnt --	1-9
A	CH, A, 427404 (MONSANTO) 30. Juni 1967, siehe Seite 1, Zeilen 1-32; Seite 2, Zeilen 14-21, 36-44 --	1-9
A	EP, A, 0084457 (DOW) 27. Juli 1983, siehe Ansprüche -----	1-9
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 48%;"> <p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen<sup>10</sup>:</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> </div> <div style="width: 48%;"> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"G" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p> </div> </div>		
<b>IV. BESCHEINIGUNG</b>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche  <div style="text-align: center;">8. Juni 1988</div>		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts  <div style="text-align: right; font-size: 1.2em;">- 7 JUL 1988</div>
Internationale Recherchenbehörde  <div style="text-align: center;">Europäisches Patentamt</div>		Unterschrift des bevollmächtigten Bediensteten  <div style="text-align: right;">   <b>P.C.G. VAN DER PUTTEN</b> </div>

# ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.

EP 8800118  
SA 21039

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.  
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 23/06/88.  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP-A- 0153582	04-09-85	DE-A- 3404253 JP-A- 60181092 AU-A- 3808385 US-A- 4608440	08-08-85 14-09-85 15-08-85 26-08-86
EP-A- 0057035	04-08-82	GB-A, B 2091558 JP-A- 57142905 AU-A- 7970382 CA-A- 1174804 AT-B- E11093 AU-B- 545999	04-08-82 03-09-82 05-08-82 25-09-84 15-01-85 08-08-85
CH-A- 427404		Keine	
EP-A- 0084457	27-07-83	EP-A- 0085501 GB-A, B 2113093 JP-A- 58131901 JP-A- 58131908 AU-A- 1058883 AU-A- 1058983 GB-A, B 2115420 CA-A- 1198670 AU-B- 556936 AU-B- 558311	10-08-83 03-08-83 06-08-83 06-08-83 28-07-83 28-07-83 07-09-83 31-12-85 27-11-86 29-01-87

PTO FORM 10471